

DERWENT-ACC-NO: 2002-387584

DERWENT-WEEK: 200242

COPYRIGHT 1999 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Orientated alumina ceramics
manufacture used as structural element for wiring boards,
involves impressing magnetic field on alpha-type alumina
particle slurry, drying slurry to form alumina compact
and sintering compact

PATENT-ASSIGNEE: NIPPON GAKUJUTSU SHINKOKAI [NIGAN]

PRIORITY-DATA: 2000JP-0239358 (August 8, 2000)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PAGES	PUB-DATE	MAIN-IPC
JP 2002/053367 A		February 19, 2002	N/A
005	C04B 035/10		

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO
JP2002053367A	N/A	
2000JP-0239358	August 8, 2000	

INT-CL (IPC): C04B035/10

ABSTRACTED-PUB-NO: JP2002053367A

BASIC-ABSTRACT:

NOVELTY - The alpha -type alumina particle (A) is mixed with solvent, to produce alpha -type alumina slurry. The slurry is impressed with magnetic field of 1T or more, such that the alpha -type alumina particle in slurry is

orientated in direction of magnetic field. The slurry in the receptacle is dried to form alpha -type alumina compact which is then sintered in oxygen atmosphere, to form orientated alumina sintered compact.

DETAILED DESCRIPTION - The alpha -type alumina slurry is poured into predetermined receptacle, and is impressed with the magnetic field. The alpha -type alumina compact and the orientated alumina sintered compact comprises the alpha -type alumina particle orientated in the direction of the magnetic field.

An INDEPENDENT CLAIM is also included for orientated alumina ceramics.

USE - For manufacture of orientated alumina ceramics used as structural element or material for wiring boards.

ADVANTAGE - The orientated alumina ceramics comprising the alumina particle orientated to the arbitrary direction, is produced in arbitrary form.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/0

TITLE-TERMS: ORIENT ALUMINA CERAMIC MANUFACTURE STRUCTURE
ELEMENT WIRE BOARD
 IMPRESS MAGNETIC FIELD ALPHA TYPE ALUMINA
PARTICLE SLURRY DRY
 SLURRY FORM ALUMINA COMPACT SINTER COMPACT

DERWENT-CLASS: L02

CPI-CODES: L02-A04; L02-G07C;

SECONDARY-ACC-NO:

CPI Secondary Accession Numbers: C2002-109470

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-53367

(P2002-53367A)

(43) 公開日 平成14年2月19日 (2002.2.19)

(51) Int.Cl.⁷

C 0 4 B 35/10

識別記号

F I

C 0 4 B 35/10

テームコード* (参考)

E 4 G 0 3 0

審査請求 有 請求項の数11 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願2000-239358 (P2000-239358)

(22) 出願日 平成12年8月8日 (2000.8.8)

(71) 出願人 597154117

日本学術振興会

東京都千代田区麹町5丁目3番1号

(72) 発明者 植松 敬三

新潟県長岡市上富岡町1603-1 長岡技術

科学大学工学部化学系内

(72) 発明者 石川 丈夫

新潟県長岡市上富岡町1603-1 長岡技術

科学大学工学部化学系内

(74) 代理人 100059258

弁理士 杉村 暁秀 (外2名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 配向性アルミナセラミックスの製造方法及び配向性アルミナセラミックス

(57) 【要約】

【課題】 任意方向に配向したアルミナ粒子からなる配向性アルミナセラミックスを、任意の形状に作製することのできる製造方法を提供すること、及びこの製造方法によって得られる配向性アルミナセラミックスを提供する。

【解決手段】 α 型アルミナ粒子と溶媒とを混合させて α 型アルミナスラリーを作製し、この α 型アルミナスラリーを所定の容器内に流し込む。この状態において前記 α 型アルミナスラリーに1 T以上の磁場を印加して、前記 α 型アルミナスラリー中の前記 α 型アルミナ粒子を前記磁場の方向に配向させる。前記 α 型アルミナスラリーを前記所定の容器中において乾燥後、酸素含有雰囲気中で焼結することにより、前記磁場方向に配向した前記 α 型アルミナ粒子からなる配向性アルミナ焼結体を作製する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 α 型アルミナ粒子と溶媒とを混合させて α 型アルミナスラリーを作製する工程と、前記 α 型アルミナスラリーを所定の容器内に流し込み、この状態において前記 α 型アルミナスラリーに1 T以上の磁場を印加して、前記 α 型アルミナスラリー中の前記 α 型アルミナ粒子を前記磁場の方向に配向させる工程と、前記 α 型アルミナスラリーを前記所定の容器中において乾燥させ、前記磁場方向に配向した前記 α 型アルミナ粒子からなる α 型アルミナ成形体を作製する工程と、前記 α 型アルミナ成形体を酸素含有雰囲気中で焼結することにより、前記磁場方向に配向した前記 α 型アルミナ粒子からなる配向性アルミナ焼結体を作製する工程と、を含むことを特徴とする、配向性アルミナセラミックスの製造方法。

【請求項2】 前記 α 型アルミナ粒子は、球状であることを特徴とする、請求項1に記載の配向性アルミナセラミックスの製造方法。

【請求項3】 前記 α 型アルミナセラミックスの平均粒径が0.2～1 μm であり、比表面積が1～5 m^2/g であることを特徴とする、請求項2に記載の配向性アルミナセラミックスの製造方法。

【請求項4】 前記溶媒中に分散剤を添加することを特徴とする、請求項1～3のいずれかに記載の配向性アルミナセラミックスの製造方法。

【請求項5】 前記 α 型アルミナスラリー中の前記 α 型アルミナ粒子の含有量が、30～50体積%であることを特徴とする、請求項1～4のいずれかに記載の配向性アルミナセラミックスの製造方法。

【請求項6】 前記 α 型アルミナスラリーに印加する磁場の大きさが、3 T以上であることを特徴とする、請求項1～5のいずれかに記載の配向性アルミナセラミックスの製造方法。

【請求項7】 前記 α 型アルミナ成形体の焼結温度が、1100～1600℃であることを特徴とする、請求項1～6のいずれかに記載の配向性アルミナセラミックスの製造方法。

【請求項8】 前記 α 型アルミナ成形体を仮焼結する工程を含むことを特徴とする、請求項1～7のいずれかに記載の配向性アルミナセラミックスの製造方法。

【請求項9】 前記 α 型アルミナ成形体の仮焼結温度が、600～1100℃であることを特徴とする、請求項8に記載の配向性アルミナセラミックスの製造方法。

【請求項10】 α 型アルミナ粒子が所定方向に配向してなる配向性アルミナセラミックス。

【請求項11】 前記 α 型アルミナ粒子の配向度が、5～90%であることを特徴とする、請求項10に記載の配向性アルミナセラミックス。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、配向性アルミナセラミックスの製造方法及び配向性アルミナセラミックスに関し、詳しくは、構造用部材あるいは配線基板用部材などとして好適に用いることのできる、配向性アルミナセラミックスの製造方法及びその配向性アルミナセラミックスに関する。

【0002】

【従来の技術】近年、セラミックスの結晶方向をある一定の向きに配向させることで異方性を持たせる、あるいは特性を大幅に向上させる研究開発が精力的に行われている。例えば、構造用部材又は配線基板用部材に用いられるアルミナセラミックスに対しては、特開平1-33055号公報において、平板状コランダムアルミナをテープ状に積層し、この積層体を焼結させることによってアルミナ粒子が任意方向に配列してなる高強度のアルミナセラミックス積層体が得られることが開示されている。

【0003】また、特開平2-64065号公報においては、 β 型アルミナ粒子に250～1000 kg/cm^2 の遠心力を与えることによって、この β 型アルミナを任意方向に配列させ、磁気特性及び機械的特性に優れたアルミナセラミックスが得られることが開示されている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、特開平1-33055号公報に記載された方法では、積層させるためにテープ状のセラミックス積層体しか得ることができない。また、特開平2-64065号公報に記載された方法では、遠心力を作用させるために得られるアルミナセラミックスの形状が限定されてしまう。すなわち、これらの方法においては、得られるアルミナセラミックスの形状が限定されてしまい、配向したアルミナ粒子からなる任意形状のアルミナセラミックスを得ることができないでいた。

【0005】本発明は、任意方向に配向したアルミナ粒子からなる配向性アルミナセラミックスを、任意の形状に作製することのできる製造方法を提供すること、及びこの製造方法によって得られる配向性アルミナセラミックスを提供することを目的とする。

【0006】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成すべく、本発明は、 α 型アルミナ粒子と溶媒とを混合させて α 型アルミナスラリーを作製する工程と、前記 α 型アルミナスラリーを所定の容器内に流し込み、この状態において前記 α 型アルミナスラリーに1 T以上の磁場を印加して、前記 α 型アルミナスラリー中の前記 α 型アルミナ粒子を前記磁場の方向に配向させる工程と、前記 α 型アルミナスラリーを前記所定の容器中において乾燥させ、前記磁場方向に配向した前記 α 型アルミナ粒子からなる α

型アルミナ成形体を作製する工程と、前記 α 型アルミナ成形体を酸素含有雰囲気中で焼結することにより、前記磁場方向に配向した前記 α 型アルミナ粒子からなる配向性アルミナ焼結体を作製する工程と、を含むことを特徴とする、配向性アルミナセラミックスの製造方法に関する。

【0007】本発明者らは、配向性アルミナセラミックスを任意形状に作製することが可能な新規な製造方法を見出すべく鋭意検討を行った。そして、 α 型アルミナ粒子がその結晶構造に起因して、結晶方向において微小な磁化率差を生じることを見出した。すなわち、六方晶コランダム構造を有する α 型アルミナ粒子は、 a - b 面方向と c 軸方向とで微小な磁化率差を有することを見出した。

【0008】そこで、本発明者らはこの現象に着目し、この磁化率差を利用して α 型アルミナ粒子を配向させることを試みた。その結果、1 T以上の強磁場を印加することにより、前記磁化率差に依存して α 型アルミナ粒子が c 軸方向に配向されることを見出した。

【0009】また、前記強磁場印加を所定の容器に容れた α 型アルミナスラリーに対して行うことにより、その後の乾燥及び焼結によって前記容器の形状を反映した形状を具える配向性アルミナセラミックスが得られることを見出した。そして、このようにして得た配向性アルミナセラミックスに対し、その配向性を考慮した種々の加工を施すことにより、所望する任意形状の配向性アルミナセラミックスが得られることを見出した。すなわち、容器の形状を適宜に選択し、磁場印加方向を適宜に選択することにより、その後の乾燥・焼結並びに加工を経ることによって、所望する任意形状の配向性アルミナセラミックス得られることを見出した。

【0010】本発明の製造方法によれば、 α 型アルミナ粒子が配向してなる任意形状の配向性アルミナセラミックスを容易に製造することができる。したがって、構造用部材など、各種用途に対して広範囲に適用することが可能な、 α 型アルミナ粒子が所定方向に配向してなる配向性アルミナセラミックスを提供することができる。

【0011】

【発明の実施の形態】以下、本発明を発明の実施の形態に基づいて詳細に説明する。本発明で用いる α 型アルミナ粒子の形態は、本発明にしたがって配向性アルミナセラミックスを作製できるものであれば、特に限定されない。しかしながら、後の磁場印加において、 α 型アルミナ粒子を磁場方向に比較的均一に配向させるためには、前記 α 型アルミナ粒子は形状異方性のない球状であることが好ましい。なお、ここでいう球状とは真球のみならず、鋭利な角を有しない多角形状のものを含む広い概念を指すものである。

【0012】そして、前記 α 型アルミナ粒子が球状である場合は、平均粒径が0.2～1 μm 、比表面積が1～

5 m^2/g であることが好ましい。これによって、前記 α 型アルミナ粒子の配向度をさらに高めることができる。また、後の焼結工程における焼結時間などを短縮化することができる。なお、上記平均粒径などについては、レーザ回折法など公知の方法を用いて同定することができる。

【0013】また、本発明においては、 α 型アルミナ粒子を溶媒と混合させて α 型アルミナスラリーを作製する。前記溶媒としては、イソプロピルアルコール、トルエン及びメチルエチルケトンなどの有機溶媒や水を用いることができる。コスト面などを考慮すると、水を用いることが好ましい。

【0014】さらに、 α 型アルミナスラリーを作製するに際して、分散剤を用いることが好ましい。これによって、 α 型アルミナ粒子が均一に分散した α 型アルミナスラリーを得ることができる。分散剤としては、ポリアクリル酸アンモニウム、ポリカルボン酸アンモニウム及びクエン酸アンモニウムなど公知のものを用いることができる。分散剤は、所定量を予め前記溶媒中に配合させておく。

【0015】また、前記 α 型アルミナスラリー中における α 型アルミナ粒子の含有量は、30～50体積%であることが好ましく、さらには40体積%前後であることが好ましい。これによって、前記 α 型アルミナスラリー中における α 型アルミナ粒子の分散状態がより均一となり、後の磁場印加によってこの α 型アルミナ粒子の配向を全体的に均一に行うことができる。

【0016】上記 α 型アルミナスラリーの作製は、ボールミルなどを公知の手段を用いて行うことができる。ボールミルを用いる場合は、 α 型アルミナ粒子と必要に応じて分散剤を含んだ溶媒とをボールミルに入れ、所定時間混合粉碎することによって作製することができる。また、作製すべき α 型アルミナ粒子が少量である場合は、 α 型アルミナ粒子と溶媒とを乳鉢などに入れ、手で粉碎してスラリー化し、上記 α 型アルミナスラリーを得ることもできる。

【0017】次いで、本発明においては、上記 α 型アルミナスラリーを所定の容器中に流し込む。そして、流し込んだスラリーに対して配向させたい方向に対して1 T以上の磁場を印加する。すると、 α 型アルミナの結晶方向における微小な磁化率差から、 α 型アルミナ粒子はそれらの c 軸が前記磁場方向に対して平行となるようにして配向する。なお、 α 型アルミナ粒子の配向を容易にして配向度を向上させるには、前記磁場は大きいほど好ましく、具体的には3 T以上であることが好ましい。このような強磁場は、一般に超電導磁石を用いることによって発生させる。

【0018】この後、前記 α 型アルミナ粒子スラリーを好ましくは20～150℃で乾燥させて α 型アルミナ成形体を得る。

【0019】次に、本発明においては、上記 α 型アルミナ成形体を焼結して、 α 型アルミナ焼結体を作製する。この α 型アルミナ焼結体は、酸素含有雰囲気中において好ましくは1100～1600℃、さらに好ましくは1300～1600℃で、1～10時間焼結することによって作製する。なお、酸素含有雰囲気とは、酸素ガス雰囲気のみならず、大気中雰囲気などを含む。

【0020】このようにして作製した α 型アルミナ焼結体を、この焼結体を構成する α 型アルミナ粒子の配向性を考慮して、所望の形状に加工する。その後、表面研磨など必要な後処理を施し、最終的な配向性アルミナセラミックスを得る。なお、 α 型アルミナ成形体を得る際に使用する前記容器の大きさ及び形状を適宜に選択することにより、形状加工などを施さず、後処理のみで所望の配向性アルミナセラミックスを得ることもできる。このような配向性アルミナセラミックスは5～90%、さらには50～90%の配向度を有することができる。

【0021】また、上記 α 型アルミナ成形体を焼結する以前に、この成形体に対して仮焼結を施すこともできる。 α 型アルミナセラミックスを乾燥させて得た α 型アルミナ成形体は強度が十分でないために、後の焼結工程におけるハンドリングを極めて慎重に行う必要がある。さらには、このようにして得た α 型アルミナ成形体の成形密度が低いために、上記焼結工程を経ても十分な密度の焼結体を得ることができず、強度的に極めて不十分な α 型アルミナ焼結体しか得られない場合がある。

【0022】このような場合において、 α 型アルミナ成形体を仮焼結すると、その成形密度を予め向上させておくことができるため、焼結後において高密度かつそれに起因して高強度の α 型アルミナ焼結体を得ることができる。また、成形密度が向上するために、 α 型アルミナ成形体の強度も向上し、後の焼結工程におけるハンドリングを容易に行うことができる。

【0023】上記仮焼結は600～1100℃、さらには800～1050℃で行うことが好ましい。また、仮焼結雰囲気については特に限定されないが、上記同様に酸素含有雰囲気中で行うことが好ましい。仮焼結は、その目的から一般には成形体を前記容器中に保持した状態で行う。

【0024】

【実施例】以下、本発明を実施例において具体的に示す。 α 型アルミナ粒子には、平均粒径0.4～0.6 μ m、比表面積2.8～3.3m²/gの α -Al₂O₃

粉末を用いた。次いで、この α -Al₂O₃粉末の所定量を、ポリアクリル酸アンモニウム分散剤を0.6wt%含有した水と混合させ、ボールミルにおいて6時間粉碎混合して α 型アルミナセラミックスを得た。なお、 α -Al₂O₃粉末の混合量を適宜に調整して、これら粉末の含有量が30、40、50体積%となるようにした。

【0025】次いで、これらの α 型アルミナセラミックスを直径30mmのテフロン（登録商標）容器中にそれぞれ5mL流し込み、この状態において前記テフロン容器の外部に配置された超電導磁石から9Tの磁場を印加するとともに、25℃で乾燥させ、 α 型アルミナ成形体を得た。

【0026】その後、前記テフロン容器に保持されたままの α 型アルミナ成形体のそれぞれに対し、大気中で、1100℃、1時間の仮焼結を実施した。その後、空気雰囲気中で、1600℃、2時間の焼結を行うことにより、 α 型アルミナ焼結体を得た。本実施例では、このようにして得た焼結体を最終的なアルミナセラミックスとし、このようにして得たアルミナセラミックスに対して種々の強度試験を実施した。その結果、これらのアルミナセラミックスは400±50MPaという十分実用に耐え得る強度を有していることが判明した。

【0027】また、本実施例において得たアルミナセラミックスの配向性を調べた。なお、これらアルミナセラミックスの形状加工が困難であったため、乾燥工程後の α 型アルミナ成形体及び仮焼結後のアルミナ成形体に対して配向性を調べ、それにより間接的に評価した。配向性の評価は以下の手順により行った。

【0028】最初に、得られた仮焼結前後の α 型アルミナ成形体を、磁場の印加方向と水平に切り出し、#1200のサンドペーパーで研磨することにより、厚さ0.05～1mmの試料片を作製した。次いで、アルミナ（屈折率 $n=1.77$ ）と同等の屈折率を有する沃化メチレン（屈折率 $n=1.74$ ）を浸液として加え、前記試料片を透明化した。次いで、ベレックコンベンセータを用いてこれら試料のリタレーション値を求めた。次いで、各試料の厚さでこれらリタレーション値を除し、各試料の複屈折量を求めた。そして、これら複屈折量を α 型アルミナ単結晶の複屈折量で除することにより、前記各試料の配向度を算出した。結果を表1に示す。

【0029】

【表1】

10

20

30

40

固体含有率と成形体および仮焼体の粒子配向度との関係

固体 α 型アルミナ粒子 含有率 (体積%)	仮焼結前の α 型アルミナ 成形体配向度 (%)	仮焼結後の α 型アルミナ 成形体配向度 (%)
30	70	80
40	60	70
50	50	55

【0030】表1から明らかなように、仮焼結後に
いて α 型アルミナ粒子の配向度はさらに増加し、総じて高
い配向度を有することが分かる。また、 α 型アルミナ粒
子(α - Al_2O_3 粉末)が30%の体積含有率で含有
されている α 型アルミナスラリーから作製した成形体
において、配向度が最も高くなっていることが分かる。す
なわち、 α 型アルミナ粒子がスラリー中に均一に分散さ
れて、磁場印加による配向が極めて均一に行われたこと
が分かる。

【0031】以上、具体例を挙げながら発明の実施の形
態に基づいて本発明を詳細に説明してきたが、本発明は*

* 上記内容に限定されるものではなく、本発明の範疇を逸
脱しない限りにおいてあらゆる変形や変更が可能であ
る。

【0032】

【発明の効果】以上説明したように、本発明によれば、
任意方向に配向したアルミナ粒子からなる配向性アルミ
ナセラミックスを、任意の形状に作製することができ
る。したがって、構造用部材など、各種用途に対して広
範囲に適用することが可能な配向性アルミナセラミック
スを提供することができる。

フロントページの続き

(72)発明者 庄司 大助
新潟県長岡市上富岡町1603-1 長岡技術
科学大学工学部化学系内
(72)発明者 木村 恒久
東京都八王子市南大沢1-1 東京都立大
学大学院工学研究科内

(72)発明者 北澤 宏一
東京都文京区本郷7-3-1 東京大学大
学院工学研究科内
Fターム(参考) 4G030 AA36 CA01 CA02 GA08 GA11
GA16 GA25 GA27